bozorgmehr.sellfile.ir

مجموعه گزارش کار در آزمایشگاه شیمی آلی

Shimiomd.blog.ir

تعیین دمای ذوب

هدف: تعیین دمای ذوب

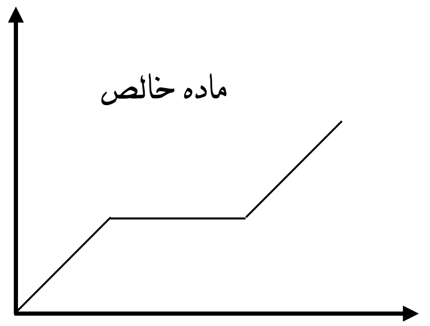
وسایل مورد نیاز: لوله موئین- لوله پاستور- بشر- ترمو متر- گیره- روغن

تئوری مربوط به آزمایش:

نقطه ذوب یک جسم جامد بلورین (خالص) عبارت است از درجه حرارتی که در آن تحت فشار یک اتمسفر جامد به مایع تبدیل می شود. برای یک جسم خالص این تبدیل سریع بوده و از این رو نقطه ذوب ثابت مناسبی برای شناسایی مواد آلی می باشد. ار طرفی اگر مایع جسم خالص طوری سرد شود که از عمل تبخیر و انجماد جلوگیری گردد در همان درجه حرارتی که جامد می شود به مایع نیز تبدیل می گردد. به عبارتی دیگر برای یک جسم خالص نقاط ذوب و انجماد برابر هستند بنابراین می توان نقاط ذوب و انجماد را چنین تعریف کرد.

درجه حرارتی که در آن فازهای مایع و جامد می توانند در فشار یک اتمسفر در حال تعادل با یکدیگر وجود داشته باشند.

رفتار نقطه ذوب یک جسم خالص با جسم ناخالص متفاوت است

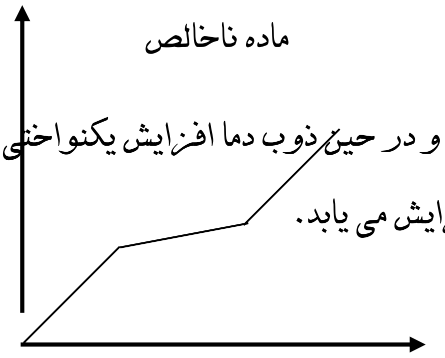


bozorgmehr.sellfile.ir

جامد خالص در نقطه خاصی شروع به ذوب شدن کرده و

در طی ذوب درجه حرارت ثابت می ماند . پس از ذوب شدن کامل مجدداً دما بالا می رود.

ماده ناخالص



جامد ناخالص در دمای پایین تر شروع به ذوب شدن می کند و در حین ذوب دما افزایش یکنواختی داشته و پس از ذوب شدن مجدداً دما افزایش می یابد.

روش انجام ازمایش:

ابتدا یک لوله موئین انتخاب کرده و یک سر آن را بوسیله شعله مسدود می کنیم. دور یک سر لوله یک خط وجود دارد توجه کنید که لوله را از سر مقابل مسدود کنید. بعد لوله را از سر باز درون ماده ای که می خواهیم دمای ذوب آن را اندازه بگیریم فرو می کنیم مقداری از ماده در ابتدای لوله جمع می شود. بعد لوله موئین را از یک لوله تو خالی یا لوله پاستور عبور می دهیم. بدین ترتیب که لوله موئین را به صورت عمودی نگه داشته و لوله موئین را از بالا به صورتی سر باز رو به بالا باشد رها می کنیم با این کار موادی که ابتدای لوله موئین جمع شده بودند به انتهای لوله می روند.

سپس لوله موئین را با قطعه نخی به ترمو متر می بندیم و ترمومتر را درون بشری که از روغن پر شده است (حمام روغن) فرو می بریم. برای این کار ترمو متر را بوسیله گیره آویزان می کنیم و ابتدای ترمو متر (نقطه صفر آن) که لوله موئین را هم به آن بسته ایم درون روغن باشد. باید توجه کنیم که ترمو متر و لوله موئین به انتهای بشر که در حال حرارت دیدن است نخورد و همچنین باید حرارت به صورت ملایم و یکنواخت به بشر داده شود تا ماده شروع به مایع شدن کند. درجه حرارتی که اولین قطره مایع تشکیل می شود و همچنین درجه حرارتی که در آن ماده

bozorgmehr.sellfile.ir

درون لوله موئین به صورت مایع کاملاً شفاف تبدیل شده است را یادداشت می کنیم. برای بدست آوردن نقطه ذوب ماده از این دو دما میانگین می گیریم. این عملیات را برای دو ماده نفتالین و ماده مجهول انجام می دهیم.

جدول:

C°	T1	T2	Tc
نفتالین	79 C°	83 C°	81 C°
مجهول	112 C°	116 C°	114 C°

نتیجه گیری:

در اندازه گیری دمای ذوب میانگین دمای مایع شدن اولین ذره و دمای ذوب شدن کامل مایع را مد نظر قرار می دهند زیرا دمایی است که با واقعیت بیشترین تطابق را دارد. خطاهای این آزمایش میتواند خطاهای شخصی یا دستگاهی باشد؛ مانند درست ندیدن دمای ترمو متر و یا درست عمل نکردن خود ترمو متر.

bozorgmehr.sellfile.ir

بزرگمهر

آسپرین

Shimiomd.blog.ir

هدف: تهیه آسپرین

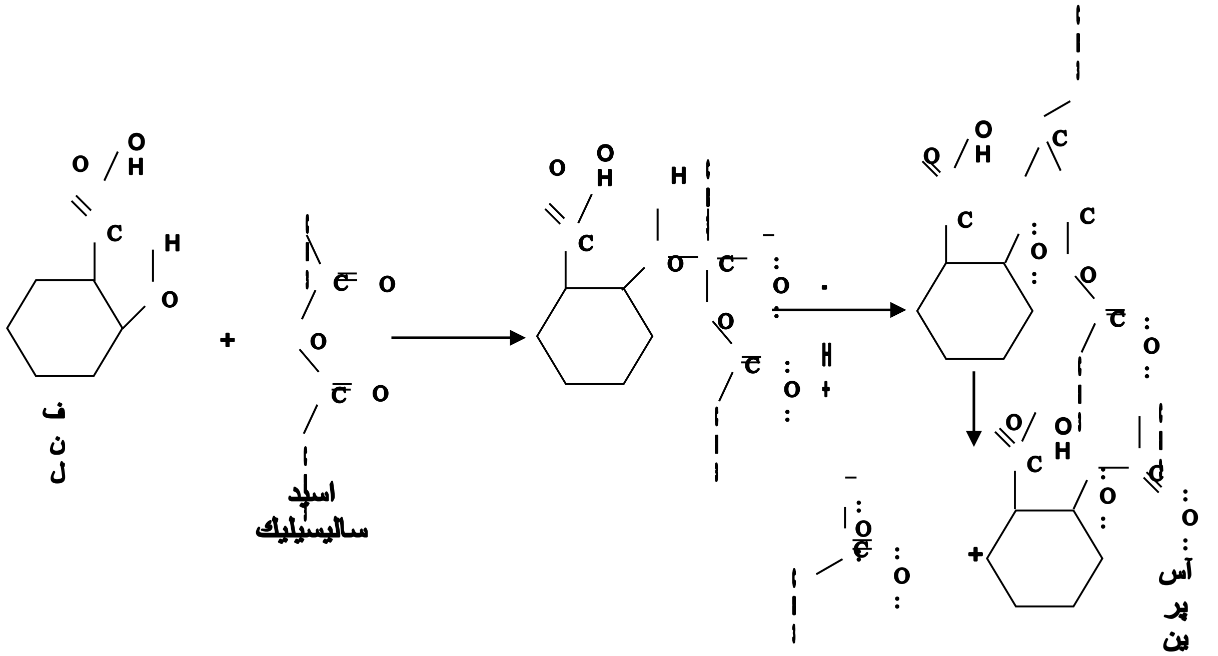
وسایل مورد نیاز: ارلن ۱۲۵ میلی متری – ترمو متر – قیف – بشر – پایه – گیره ظرف فلزی – سالیسیلیک اسید – انیدرید استیک – اسید سولفوریک – آب مقطر

تئوری آزمایش:

آسپرین یکی از رایجترین و پر مصرف ترین داروهای شناخته شده و یکی از قدیمی ترین آنها است. سالیسیلیک اسید که از مواد اولیه تهیه آسپرین است در مقیاس بسیار زیاد می تواند از حرارت دادن سدیم منوکسید با کربن دی اکسید در حرارت ۱۵۰ درجه تحت فشار ملایم بوجود آید.

متأسفانه سالیسیلیک اسید به مخاط دهان و حلق حمله کرده وموجب دردهایی می شود که ممکن است برتر از دردی باشد که بخاطرش آسپرین استفاده شده است. طبیعت مخرب سالیسیلیک اسید را می توان با اضافه کردن گرده استیل اصلاح کرد. استر ها معمولاً بوسیله واکنش الکلها یا فنولها با اسیدها یا مشتقات اسید تهیه می شود. آنیدرید اسید ها یکی از مشتقات اسیدها هستند که به منظور استریفیکاسیون به کار می روند. برای سنتز ترکیباتی که گروه استیل دارند معمولاً از استیک آنیدرید استفاده می شود. استیل دار شدن سالیسیلیک اسید یا استیک آنیدرید باعث تشکیل استیل سالیسیلیک اسید یا آسپرین می شود برای تسریع واکنش از ۲ تا ۳ قطره سولفوریک اسید استفاده می شود که باعث پروتون دار شدن اکسیژن در استیک آنیدرید می شود.

bozorgmehr.sellfile.ir



روش انجام آزمایش:

در ابتدا دو گرم اسید سالیسیلیک دا در یک ارلن ۱۲۵ میلی لیتری ریخته و ۵ میلی لیتر انیدرید استیک به همراه ۵ قطره اسید سولفوریک اضافه می کنیم. ارلن را خوب تکات دهید تا همه مواد داخل آن مخلوط شود سپس ارلن را در حمام آب گرم با دمای آب ۵۰ تا ۶۰ درجه سانتیگراد به مدت ۱۵ دقیقه حرارت می دهیم و در حین این کار مخلوط درون ارلن را نیز به هم می زنیم تا واکنش کاملاً انجام شود.و هر چند لحظه دمای آب درون حمام آب گرم را بوسیله ترمومتر چک می کنید تا دمای آب بیشتر از ۶۰ درجه نشود. میبینید که رنگ محلول تغییر کرده و بی رنگ می شود. بعد از پایان ۱۵ دقیقه ارلن را از حمام آب گرم بیرون آورده و به حال خود رها می کنیم تا کم کم خنک شود. پس از خنک شدن ارلن و محتویات آن ۴۰ میلی لیتر آب مقطر را به آن اضافه می کنید و مخلوط را خوب تکان می دهید میبینید که مخلوط سفید شده و بلورهای آسپرین نمایان می شود. در این زمان ارلن را در حماماب سرد گذاشته تا بلورهای آسپرین بهتر و بیشتر تشکیل شود. سپس مخلوط درون ارلن بوسیله کاغذ صافی صاف میکنید. بدین صورت که کاغذ صافی را تا زده و درون یک قیف می گذارید و قیف را درون یک بشر قرار می دهید و مواد درون ارلن را بر روی کاغذ صافی می ریزید آب مواد جدا شده و آسپرین بر روی کاغذ باقی می ماند.

bozorgmehr.sellfile.ir

نتیجه گیری:

استیل دار شدن سالیسیلیک اسید یا استیک آنیدرید باعث تشکیل استیل سالیسیلیک اسید یا آسپرین می شود برای تسریع واکنش از ۲ تا ۳ قطره سولفوریک اسید استفاده می شود که باعث پروتون دار شدن اکسیژن در استیک آنیدرید می شود.

دلایل عدم تطابق جوابها (خطاها):

خطاها ممکن است شخصی یا دستگاهی باشد مانند درست وزن نکردن اسید سالیسیلیک و یا درست کار نکردن ترمومتر هنگام اندازه گیری دمای آب درون حمام آب گرم.

bozorgmehr.sellfile.ir

تقطیر

Shimiomd.blog.ir

روشهای مختلفی برای جداسازی مواد اجزای سازنده یک محلول وجود دارد که یکی از این روشها فرایند تقطیر می‌باشد در روش تقطیر جداکردن اجزاء یک مخلوط ، از روی اختلاف نقطه جوش آنها انجام می گیرد .تقطیر ، در واقع ، جداسازی فیزیکی برشهای نفتی است که اساس آن ، اختلاف در نقطه جوش هیدروکربنهای مختلف است. هر چه هیدروکربن سنگینتر باشد، نقطه جوش آن زیاد است و هر چه هیدروکربن سبکتر باشد، زودتر خارج می‌شود.

تقطیر در عمل به دو روش زیر انجام می گیرد. روش اول شامل تولید بخار از طریق جوشاندن یک مخلوط مایع ، سپس میعان بخار ، بدون اینکه هیچ مایعی مجددا به محفظه تقطیر باز گردد. در نتیجه هیچ مایع برگشتی وجود ندارد. در روش دوم قسمتی از بخار مایع شده به دستگاه تقطیر باز می گردد و به صورتی که این مایع برگشتی در مجاورت بخاری که به طرف مبرد می‌رود قرار می گیرد. هر کدام از این روشها می‌توانند پیوسته یا ناپیوسته باشند.

تقطیر، معمولترین روشی است که برای تخلیص مایعات به کار می رود. دراین عمل مایع را به کمک حرارت تبخیر می کنند و بخار مربوطه را در ظرف جداگانه ای متراکم می کنند و محصول تقطیر را بدست می آورند. چنانچه ناخالصیهای موجود در مایع اولیه فرار نباشند، در باقی مانده تقطیر به جا می مانند و تقطیر ساده جسم را خالص میکند. در صورتی که ناخالصیها فرار باشند، تقطیر جزء به جزء مورد احتیاج خواهد بود.

چنانچه ناخالصی های موجود در مایع اولیه فرار نباشد در باقیمانده تقطیر به جا می ماند و تقطیر ساده نمونه را خالص می کند. در صورتیکه فرار باشند تقطیر جز به جز مورد نیاز خواهد بود. اگر

bozorgmehr.sellfile.ir

فقط یک ماده فرار بوده و اختلاف نقطه ی جوش این ماده با ناخالصی های موجود در آن زیاد باشد (حدود ۳۰ درجه) می توان برای جدا کردن این ماده از ناخالصی ها از تقطیر ساده استفاده نمود. از تقطیر ساده معمولا در جداسازی مخلوط مایعاتی استفاده می شود که نقطه ی جوشی در محدوده ۴۰ تا ۱۵۰ درجه دارند زیرا در دمای بالاتر از ۱۵۰ درجه بسیاری از ترکیبات آلی تجزیه می شوند ودر دمای جوش کمتر از ۴۰ درجه مقدار زیادی از مایع در ضمن تقطیر هدر می رود.

در تقطیر مخلوطی ازدو یا چند جسم فشاربخار کل تابعی از فشار بخار هر یک از اجزا و کسر مولی آنه می باشد. بر اساس قانون رائول فشار بخار جزیی یک ترکیب فرار در یک محلول ایده آل با حاصلضرب فشار بخار در کسر مولی آن برابر است. بنابراین در بخار موجود بر سطح دو یا چند جز محلول فرار ذرات کلیه اجزا شرکت کننده در محلول یافت می شود. رابطه بین فشار بخار کل (Pt) با فشار جزیی (Pi) و کسر مولی اجزا (Xi) به صورت زیر است:

$$Pt = PaXa + PbXb + PcXc + \ldots$$

اگر در محلولی شامل دو ماده شیمیایی فرار یک جز دارای فشار بخار بیشتری از جز دیگر باشد بخار حاصل از آن در مقایسه با مایع دارای درصد بیشتری از جسم فرارتر خواهد بود.

ظروف معمولی در خلل و شکاف های جدار خود دارای بسته ها ی هوای محبوس می باشند. با ریختن مایع در ظرف محفظه بسته ها از بخار پر می شود. وقتی که دمای مایع افزایش می یابد بخار آنقدر به حالت متراکم باقی می ماند تا اینکه از فشار بخار روی مایع بیشتر شود در این حالت بخار به دام افتاده افزایش حجم پیدا می کند و به صورت حباب هایی به سطح مایع رسیده و خارج می گردد. حالت به هم

bozorgmehr.sellfile.ir

خوردگی حاصل از حباب ها (جوش) حباب های هوای بیشتری را به داخل مایع کشانده و فرایند با تشکیل بخار ادامه می یابد.

با حرارت دادن مایعات درظروف شیشه ای که دارای سطوحی نسبتا صاف و یکنواخت می باشند حالت جوش ایجاد نمی شود و اگر درجه حرارت به اندازه کافی افزایش یابد به حالت انفجاری تبخیر می گردند. برای اجتناب از خطرات مربوط به جوشش ناگهانی (به صورت ضربه ای) منبعی برای دمیدن حباب ها به درون مایع قبل از حرارت دادن و عمل جوش لازم است. در شرایط معمولی (فشارجو) این منبع سنگ جوش می باشد. سنگ جوش دانه هایی حاوی خلل ریز در خود بوده که در آن مولکولهای هوا حبس شده اند. با قرار گرفتن این دانه ها در محلول حباب ها از سطح آنها تشکیل شده و از جوشیدن انفجاری و تاخیر در جوش جلوگیری می نماید

bozorgmehr.sellfile.ir

بنزوات سدیم

Shimiomd.blog.ir

بنزوات سدیم (E۲۱۱) دارای فرمول شیمیایی ۲CO۵H٦NaC است. این ماده نمک اسید بنزوئیک است و به همین شکل محلول در آب است. می‌توان آن را از ترکیب هیدروکسید سدیم و اسید بنزوئیک تولید کرد.

مصارف

سدیم بنزوات یک ماده‌ی نگهدارنده‌ی غذایی است و در محیط اسیدی از فعالیت باکتری‌ها و قارچ‌ها جلوگیری می‌کند. این ماده بیش از همه در غذاهای اسیدی مثل چاشنی‌های سالاد (سرکه)، نوشابه‌های گازدار (اسید کربنیک)، مرباها و آبمیوه‌ها (اسید سیتریک)، ترشی‌جات (سرکه)، و سس‌ها استفاده می‌شود. همچنین در مواد دیگر مانند برخی داروها و شامپوها نیز به کار می‌رود. سدیم بنزوات را بر روی محصول با همین نام یا E۲۱۱ مشخص می‌کنند.

این ماده همچنین در مواد آتش‌بازی به عنوان سوخت ترقه‌های موشکی به‌کار می‌رود زیرا به‌سرعت می‌سوزد و صدای سوت تولید می‌کند.

بنزوات سدیم از خنثی‌سازی اسید بنزوئیک توسط هیدروکسید سدیم حاصل می‌شود. اسید بنزوئیک به مقادیر کم در آلو، گوجه، دارچین، میخک، و سیب یافت می‌شود. با این که اسید بنزوئیک نگهدارنده‌ی مؤثرتری است اما معمولاً از بنزوات سدیم به عنوان نگهدارنده غذایی استفاده می‌شود زیرا اسید بنزوئیک به‌خوبی در آب حل نمی‌شود. غلظت مجاز به عنوان نگهدارنده غذایی توسط FDA به ۰٫۱٪ وزنی محدود شده‌است. برنامه‌ی بین‌المللی ایمنی شیمیایی برای دزهای ٦٤٧–۸۲۵ mg/kg وزن بدن در روز تأثیر منفی‌ای شناسایی نکرد.

bozorgmehr.sellfile.ir

گربه‌ها تحمل خیلی کمتری در مقابل اسید بنزوئیک و نمک‌های آن نسبت به موش‌ها دارند. با این حال بنزوات سدیم به‌عنوان افزودنی در غذای حیوانات تا مقادیر ۰٫۱٪ توسط AFCO مجاز اعلام شده‌است.

مکانیسم نگهدارندگی غذا

این مکانیسم با جذب اسید بنزوئیک توسط سلول آغاز می‌شود. اگر PH سلول به مقادیر ۵ یا کمتر کاهش یابد فرآیند تخمیر گلوکز توسط فسفوفروکتوکیناس تا ۹۵٪ کاهش می‌یابد.

سلامتی و ایمنی

بنزوات سدیم و بنزوات پتاسیم در ترکیب با اسید آسکوربیک (ویتامین ث، E۳۰۰) تولید بنزن می‌کنند، که یک سرطان‌زای شناخته‌شده است. با این حال، مقادیر آن کمتر از میزانی است که خطرناک شناخته می‌شود. حرارت، نور و زمان نگهداری می‌توانند بر نرخ تولید بنزن تأثیرگذار باشند.

پروفسور پیتر پایپر در دانشگاه شفیلد معتقد است که بنزوات سدیم به تنهایی می‌تواند به اجزای حیاتی DNA در میتوکندری سلول آسیب برساند و آن‌ها را غیرفعال کند. میتوکندری در سلول در تولید انرژی نقش دارد و اگر آسیب ببیند سلول مختل شده و ممکن است وارد آپوپتوز شود. بیماری‌های زیادی امروزه به آسیب DNA نسبت داده می‌شود مانند پارکینسون و سایر بیماری‌های نابودی مغز و اعصاب (آلزایمر، هانتینگتون و ...)، و از همه مهتر، کلاً فرآیند پیری.

بیش‌فعالی

bozorgmehr.sellfile.ir

مقاله‌ای که در سال ۲۰۰۷م برای آژانس استاندارد غذایی (FSA) در انگلیس منتشر شد بیان کرد که برخی رنگ‌های مصنوعی هنگامی که بنزوات سدیم همراه شود می‌تواند با رفتار بیش‌فعالی در ارتباط باشد.

پروفسور جیم استیونسن از دانشگاه ساثمپتن و نویسنده‌ای این مقاله می گوید: «این یک تحقیق عمده بوده است که روی موضوع مهمی انجام شده است. نتایج نشان می‌دهد که ترکیبات خاصی از رنگ‌های غذایی مصنوعی و نگهدارنده‌غذایی بنزوات سدیم با افزایش رفتار بیش‌فعالی در کودکان در ارتباط است. اما والدین نباید گمان کنند که با حذف این افزودنی‌ها از غذای کودکان از بروز اختلال بیش‌فعالی جلوگیری می‌شود. ما می‌دانیم که عوامل دیگری هم نقش دارند اما این حداقل چیزی است که کودک می‌تواند از آن اجتناب کند».''

با بررسی‌های بیشتر توسط FSA چنین به‌نظر می‌رسید که فقط رنگ‌های خاصی در این مشکل نقش دارند.

در ۱۰ آوریل ۲۰۰۸ آژانس استاندارد غذایی خواستار حذف داوطلبانه‌ی رنگ‌ها (اما نه بنزوات سدیم) تا پایان سال ۲۰۰۹ میلادی شد.[۱۶] بعلاوه پیشنهاد کرد که اقدامی برای حذف تدریجی این مواد از غذاها و نوشیدنی‌ها در سطح اتحادیه‌ی اروپا در طی زمانی معین باید صورت گیرد.

در پاسخ به تأکید مصرف‌کنندگان بر محصولات طبیعی و ارتباط ۲۱۱E با تخریب DNA و ADHA (اختلال کم‌توجهی – بیش‌فعالی) شرکت کوکاکولا در حال حذف بنزوات سدیم از کوکای رژیمی است. این شرکت همچنین اعلام کرده است که قصد دارد ۲۱۱E را به محض این که جایگزین مناسبی برای آن یاف شود از سایر محصولات خود -- از جمله اسپرایت، فانتا و اویسیس -- نیز حذف کند

bozorgmehr.sellfile.ir

تیتراسیون NaOH و H3PO4

Shimiomd.blog.ir

در عمل تیتر کردن ، محلول استاندارد را از یک بورت به محلولی که باید غلظت آن اندازه گرفته می‌شود، می‌افزایند و این عمل تا وقتی ادامه دارد تا واکنش شیمیایی بین محلول استاندارد و تیتر شونده کامل شود. سپس با استفاده از حجم و غلظت محلول استاندارد و حجم محلول تیتر شونده ، غلظت محلول تیتر شونده را حساب می‌کنند.

یک مثال: نقطه اکی‌والان در عمل تیتر کردن NaCl با نقره نیترات وقتی مشخص می‌شود که برای هر وزن فرمولی Cl^- در محیط یک وزن فرمول Ag^+ وارد محیط عمل شده باشد ویا درتیتر کردن،سولفوریک اسید(H2so4) با سدیم هیدروکسید(NaOH) نقطه اکی والان وقتی پدید می آید که دو وزن فرمولی اسید و دو وزن فرمولی باز وارد محیط عمل شوند. تشخیص نقطه اکی والان نقطه اکی والان در عمل بوسیله تغییر فیزیکی (مثلا تغییر رنگ) شناخته می‌شود.

نقطه ای که این تغییر رنگ در آن روی می‌دهد، نقطه پایان تیتر کردن است.

در تیتراسیون اسید و باز شناساگرها برای تعیین زمان حصول نقطه اکی‌والان بکار می‌روند.تغییر رنگ معرف ، نشانگر نقطه پایانی تیتراسیون می‌باشد. انواع تیتر کردن بر حسب واکنش‌هایی که بین محلول تیتر شونده و استاندارد صورت می‌گیرد، تجزیه‌های حجمی (تیتراسیون) به دو دسته تقسیم می‌شوند:

bozorgmehr.sellfile.ir

روش‌هایی که بر اساس ترکیب یون‌ها هستند. یعنی تغییر ظرفیت در فعل و انفعالات مربوط به آن صورت نمی گیرد.

این روش‌ها عبارت اند از:

۱واکنش‌های خنثی شدن یا واکنش‌های اسید و باز

۲واکنش‌های رسوبی

۳واکنش‌هایی که تولید ترکیبات کمپلکس می‌کنند

روشهایی که بر اساس انتقال الکترون هستند؛ مانند واکنش‌های اکسایش و کاهش تیتر کردن واکنش های اسید و باز یا خنثی شدن تیتر کردن، عبارت است از تعیین مقدار اسید یا باز موجود در یک محلول که با افزایش تدریجی یک باز به غلظت مشخص یا بر عکس انجام می گیرد. موقعی که محلول یک باز دارای یونهای OH^- است به محلول اسید اضافه کنیم، واکنش خنثی شدن انجام می‌شود:

OH-+ H3O+ ——>OH22

محاسبات معمولا حجم مشخص (V) از محلول اسید با نرمالیته مجهول (N) انتخاب کرده، به‌کمک یک بورت مدرج به تدریج محلو ل یک باز به نرمالیته مشخص (N) به آن اضافه می کنند. عمل خنثی شدن وقتی کامل است که مقدار اکی والان گرمهای باز مصرفی برابر مقدار اکی والان گرم های اسید موجود در محلول شود. برای این که عمل تیتراسیون به دقت انجام شود، باید عمل افزایش محلول باز درست موقعی متوقف گردد که تساوی فوق برقرار شود. روش معمول و همگانی برای تعیین پایان تیتراسیون استفاده از شناساگرهاست. دستگاه PH متر نیز برای محاسبات دقیق در تعیین نقطه اکی والان کاربرد دارد.

bozorgmehr.sellfile.ir

وسایل و مواد مورد نیاز: پودر جامد سود(NaOH)،پودرجامد اسید اگزالیک(H2C2O4)،محلول مجهول اسید فسفریک (H3PO4) محلول متیل اورانژ،محلول فنل فتالئین،بالون ژوژه cc250 و cc100،پی پت حبابدار cc10،بورت ۲۵ میلی لیتری،ارلن مایر ۲۵۰ میلی لیتری،بشر ۱۰۰ میلی لیتری،هم زن شیشه ای،شیشه ساعت وترازو

شرح آزمایش ۱: ابتدا بورت را برداشته آن را با آب مقطر خوب می شوییم،سپس cc250محلول سود۰/۱ نرمال را تهیه کرده(استاندارد تیترانت) وآنرا در بورت می ریزیم.۰/۱گرم از پودر جامد اگزالیک اسید را را دقیقا وزن نموده و آنرا در یک ارلن cc250 میریزیم.سپس به آن ۵۰ میلی لیتر آب مقطر اضافه نموده وخوب هم می زنیم تا محلول ما شفاف شود،سپس به آن ۳-۲قطره محلول فنل فتالئین می افزاییم(محلول بی رنگ).پس از آن محلول را با محلول NaOH ۰/۱نرمال تیتر میکنیم.به محض اینکه رنگ صورتی کمرنگ را دیدم .پایدار بود،تیتراسیون را قطع می کنیم وحجم محلول NaOH مصرفی را یادداشت می کنیم(VNaOH)این عمل را دو بار تکرار می کنیم و از حجمهای بدست آمده میانگین می گیریم.

محاسبات: ۱۶/۱ = Vکل ۱۶ = V2=1/16 V1

نتیجه آزمایش: از آزمایش بالا نتیجه می گیریم که در تیتر کردن اسید باز باید اکی والان ها با هم برابرباشد ودرواقع مول های اسید وباز باهم برابر باشد و دراین صورت واکنش خنثی است و پس از تغیر رنگ محلول نقطه پایان بدست می آید که محلول در این لحظه بازی میشود .

bozorgmehr.sellfile.ir

شرح آزمایش۲ : در یک بالون ژوژه ۱۰۰ میلی لیتری،محلول مجهول H3PO4 را تحویل می گیریم و به حجم می رسانیم.۱۰ میلی لیتر از محلول به حجم رسیده اسید فسفریک را در یک ارلن cc250 ریخته و به آن۳-۲ قطره محلول متیل اورانژ می افزاییم(محلول صورتی یا قرمز) سپس محلول بدست آمده را با محلول استاندارد شده سود،تیتر می کنیم.به محض اینکه اولین تغیی رنگی که پایدار بود را در محلول دیدیم(نارنجی یا زرد)،شیر بورت را بسته وحجم NaOH مصرف شده یادداشت می کنیم.(VNaOH=V1)عمل تیتراسیون یک بار دیگر تکرار کرده و حجم مصرفی میانگین می گیریم.

محاسبات: ۹/۱ =V کل9/1V1=9/1V2=

شرح آزمایش ۳ : در یک بالون ژوژه ۱۰۰میلی لیتری،محلول مجهول H3PO4رابه حجم می رسانیم.۱۰میلی لیترازمحلول به حجم رسیده اسید فسفریک رادریک ارلن cc250ریخته وبه آن ۳-۲قطره محلول متیل اورانژاضافه می کنیم(محلول صورتی یا قرمز) سپس آن را توسط محلول استاندارد شده سود،تیتر می نماییم.به محض مشاهده اولین تغییررنگ پایداردرمحلول (نارنجی ویا زرد) شیر بورت را بسته وحجم NaOH را یادداشت می کنیم. .(VNaOH=V1)

محاسبات: ۱۷/۵ =V کل17/5V1=17/6V2=

bozorgmehr.sellfile.ir

اندازه گیری نقطه جوش

Shimiomd.blog.ir

اندازه گیری نقطه جوش

تعریف نقطه جوش:نقطه جوش دمایی است که در آن دما, فشار بخار جسم مایع با فشار اتمسفر برابر می شود.

نقطه جوش به عوامل زیر بستگی دارد:

۱_ فشار: بین نقطه جوش وفشار ارتباط مستقیم وجود دارد . اگر به تعریف نقطه جوش دقت شود فشار سیستم بالا رود نقطه جوش نیز بالا می رود و بالعکس.

تاثیر فشار بر نقطه جوش:

نقطه جوش یک مایع با تغییر فشار خارجی تغییر می کند. نقطه جوش نرمال یک مایع ، دمایی است که در آن فشار بخار مایع برابر با یک اتمسفر باشد . نقطه جوش داده شده در کتابهای مرجع ، نقاط جوش

bozorgmehr.sellfile.ir

نرمال می‌باشند . نقطه جوش یک مایع را می‌توان از منحنی فشار بخار آن بدست آورد و آن دمایی است که در آن فشار بخار مایع با فشار وارد بر سطح آن برابری می کند.

نوسانات فشار جو در یک موقعیت جغرافیایی ، نقطه جوش آب را حداکثر تا ۲ $^{\circ}C$ تغییر می‌دهد . ولی تغییر محل ممکن است باعث تغییرات بیشتر شود ، متوسط فشاری که هواسنج در سطح دریا نشان می‌دهد یک اتمسفر ، ولی در ارتفاعات بالاتر کمتر از این مقدار است. مثلا در ارتفاع ۵۰۰۰ پایی از سطح دریا متوسط فشاری که فشارسنج نشان می‌دهد 0.836 atm است و نقطه جوش آب در این فشار ۹۵٫۱ $^{\circ}C$ می‌باشد.

مولکولها در فاز گازی به سرعت حرکت میکنند و دائما به دیواره ظرف بر می خورند و منجر به وارد کردن فشار به دیواره آن می شوند میزان این فشار در یک درجه حرارت معین را فشار بخار تعادل جسم مایع در آن درجه می نامند . این فشار بخار به درجه حرارت بستگی دارد . این بستگی به آسانی با تمایل گریز مولکولها از مایع قابل توجیه است. با ازدیاد درجه حرارت انرژی جنبشی متوسط مولکولها افزایش می یابد و فرار آنها به فاز گازی آسان میشود . سرعت ورود مجدد مولکولها نیز رو به افزایش می رود و به زودی در درجه حرارت بالاتر تعادل برقرار می شود. ولی در این حال تعداد مولکولها در فاز گازی از تعداد آنها در درجه حرارت پایین تر بیشتر است و در نتیجه فشار بخار زیادتر است .

اکنون نمونه مایعی را در نظر بگیرید که در یک درجه حرارت معین در ظرف سر گشاده ای قرار دارد و مولکولهای فاز بخار در بالای مایع می توانند از محوطه ظرف خارج شوند . بخاری که در بالای این نمونه است از مولکولهای هوا و نمونه تشکیل شده است . طبق قانون فشارهای جزئی دالتون ، فشار کل (خارجی) در بالای مایع برابر با فشارهای جزئی نمونه و هوا است :

bozorgmehr.sellfile.ir

$$P_{کل} = P_{نمونه} + P_{هوا}$$

فشار جزئی نمونه برابر با فشار بخار تعادل آن در درجه حرارت معین است. اگر درجه حرارت بالا رود (بدین ترتیب فشار بخار تعادل نمونه زیاد میشود) تعداد مولکولهای نمونه در فضایی که در بالا و نزدیک مایع است افزایش می یابد و در نتیجه مقداری از هوا جابجا میشود . در درجه حرارت بالا فشار جزئی نمونه درصد بیشتری از فشار کل را تشکیل میدهد . با ازدیاد بیشتر درجه حرارت این عمل ادامه می یابد تا فشار بخار تعادل با فشار خارجی برابر شود و در این حال تمام هوا کاملا از ظرف خارج میشود . تبخیر بیشتر باعث جابجا شدن مولکولهای گازی نمونه خواهد شد . با توجه به این حقایق به این نتیجه میرسیم که فشار بخار تعادل یک نمونه یک حد نهایی دارد که به وسیله فشار خارجی معین میشود . در این حد سرعت تبخیر به مقدار زیادی افزایش می یابد (که با تشکیل حباب در مایع آشکار میشود) و این مرحله را عموما شروع جوشش می دانند. نقطه جوش یک مایع درجه حرارتی است که در آن فشار بخار مایع کاملا برابر با فشار خارجی شود. چون نقطه جوش مشاهده شده مستقیما به فشار خارجی بستگی دارد، از این جهت باید در گزارش نقطه جوش، فشار خارجی هم قید شود (مثلا نقطه جوش ۱۵۲ درجه سانتیگراد در فشار ۷۵۲ میلی متر جیوه). معمولا نقطه جوش استاندارد را در فشار آتمسفر (۷۶۰ mm Hg) تعیین میکنند .

نقاط جوش برای شناسایی مایعات و برخی از جامداتی که در حرارت پایین ذوب میشوند، مفید هستند. جامداتی که در حرارت بالا ذوب میشوند معمولا آنقدر دیر میجوشند که نمیتوان به راحتی درجه جوش آنها را اندازه گرفت .

bozorgmehr.sellfile.ir

۲_ ساختمان ترکیب: هر چقدر ساختمان ترکیب قطبی تر باشد نقطه جوش هم بیشتر می شود .اگر ترکیبی توانایی تشکیل پیوند هیدروژنی را داشته باشد نقطه جوش آن بالاتر می رود . ملاحظه می شود که در دو ترکیب H2S و H2O اتم های مرکزی هم گروه می باشند ولی چون مولکول های آب توانایی تشکیل پیوند هیدروژنی دارد نقه جوش آن بالا تر خواهد بود.

هرچقدر ترکیبی دارای شاخه های جانبی کمتری باشد نقطه جوش آن بیشتر خواهد بود

۳_ ناخالصی ها: ناخالصی ها دو نوع اند:

الف)غیر فرار : مثل ترکیبات معدنی مانند Mgcl2 , Nacl که باعث افزایش نقطه جوش می شوند.

ب) فرار: ترکیبات فرار بسته به نوع ناخالصی می توانند هم باعث افزایش دمای جوش و یا کاهش آن شوند .

چگونگی جوشیدن یک مایع

وقتی که فشار بخار یک مایع با فشار جو برابر می شود، مایع شروع به جوشیدن می‌کند . در این دما ، بخار حاصل در داخل مایع سبب ایجاد حباب و غلیان خاص جوشش می‌شود . تشکیل حباب در دمای پایینتر از نقطه جوش غیر ممکن است ، زیرا فشار جو بر سطح مایع که بیش از فشار داخل آن است ، مانع از تشکیل حباب می‌شود . دمای مایع در حال جوش تا هنگامی که تمام مایع بخار نشده است ، ثابت

bozorgmehr.sellfile.ir

می‌ماند در یک ظرف بدون درپوش حداکثر فشار بخاری که هر مایع می‌تواند داشته باشد برابر با فشار جو می‌باشد .

فشار بخار هر مایع تنها از روی دما معین می‌شود . بنابراین اگر فشار بخار ثابت باشد دما نیز ثابت است . برای ثابت ماندن دمای یک مایع در حال جوش باید به آن گرما داده شود. زیرا در فرایند جوش مولکولهای با انرژی زیاد از مایع خارج می‌شوند. اگر سرعت افزایش گرما بیش از حداقل لازم برای ثابت نگهداشتن دمای مایع در حال جوش باشد، سرعت جوشش زیاد می‌شود ولی دمای مایع بالا نمی رود.

روش های تعیین نقطه جوش:

به دو روش می توان نقطه جوش مواد را مشخص کرد : ۱) روش میکرو . ۲) روش ماکرو

تفاوت این دو روش در مقدار ماده ای است که در اختیار داریم . روش میکرو به مقدار کمی ماده نیاز دارد و از دستگاه های سادهه و به شکل ساده استفاده می شود.

دمای جوش

در میان هیدروکربنها به نظر می‌رسد که عوامل تعیین کننده دمای جوش ، عمدتا وزن مولکولی و شکل مولکولی باشند ؛ این چیزی است که از مولکولهایی که عمدتا با نیروهای واندروالسی در کنار یکدیگرند ، انتظار می‌رود . در الکلها نیز با افزایش تعداد کربن ، دمای جوش بالا می‌رود و با

bozorgmehr.sellfile.ir

شاخه‌دار شدن زنجیر، دمای جوش پایین می‌آید. اما نکته غیر عادی، در مورد الکلها این است که آنها در دمایی بالا به جوش می‌آیند . این دماهای جوش، بسیار بالاتر از دمای جوش هیدروکربنها با وزن مولکولی یکسان است و حتی از دمای جوش بسیاری ترکیبها با قطبیت قابل ملاحظه بالاتر است . چگونه این پدیده را تبیین می کنیم؟ بدیهی است پاسخ این است که الکلها، همانند آب، مایع‌های بهم پیوسته هستند . دمای جوش بالای آنها به علت نیاز به انرژی بیشتر برای شکستن پیوندهای هیدروژنی است که مولکولها را در کنار یکدیگر نگه داشته‌اند . اگر چه اترها و آلدئیدها هم اکسیژن دارند، اما هیدروژن در آنها فقط با کربن پیوند دارد، این نوع هیدروکربنها آنقدر مثبت نیستند که بتوانند با اکسیژن، پیوند قابل ملاحظه ای ایجاد کنند

شرح آزمایش (روش میکرو):

ابتدا یک لوله موپین بر می داریم و یک طرف آن را روی شعله مسدود می کنیم سپس لوله موپین را از وسط دو تکه می کنیم. لوله هایی که یک سمت آن مسدود شده است مورد نیاز ماست.یک لوله آزمایشی بر می داریم و لوله موپین مورد نظر را از سر باز وارد لوله آزمایش می کنیم . حدود ۱ الی ۱/۵ سی سی از مایع مورد نظر که می خواهیم نقطه جوش آن را تعیین کنیم داخل لوله آزمایش می ریزیم. سپس توسط یک چسب نواری لوله آزمایش را به یک دما سنج متصل می کنیم بطوریکه مخزن جیوه ای دماسنج مماس با انتهای لوله آزمایش قرار گیرد. مجموعه خود را توسط گیره متصل به سه پایه وارد حمام دما قرار می دهیم تا حرارت غیر مستقیم ببیند.

ما در اینجا از حمام آب گرم استفاده می کنیم (می توانیم نتیجه بگیریم که دمای جوش مایع مورد نظر از ۱۰۰ درجه کمتر است.) وقتی کل سیستم آماده شد حرارت را روشن می کنیم آنقدر حرارت می دهیم تا از انتهای لوله موپین داخل لوله آزمایش حباب خارج شود.حبابها ابتدا با سرعت کم و تعداد کم

bozorgmehr.sellfile.ir

خارج می شود ولی پس از گذشت زمان تعداد و سرعت آنها افزایش می یابد. وقتیکه حباب ها بصورت یکپارچه و متوالی خارج شدند حرارت را قطع می کنیم . اگر با شعله کار می کنیم تنها کشیدن شعله از زیر بشر کافیست ولی اگر با Heater کار میکنیم باید کاملا بشر را از روی آن جدا کنیم و تنها خاموش کردن Heater کافی نیست. با قطع کردن حرارت حمام سرد شده و دمای مایع مورد نظر کاهش می یابد لذا تعداد حباب ها کم می شود تا زمانیکه تمام می شوند. لحظه ای که هیچ حبابی خارج نشود و مایع مورد نظر از لوله مویین شروع به بالا رفتن کند باید دما خوانده شود و ثبت گردد . این دما نقطه جوش ما خواهد بود.

ما این کار را بر اساس تعریف نقطه جوش انجام می دهیم چون ما آنقدر به مجموعه حرارت می دهیم تا مایع به جوش آمده و حباب از آن خارج شود . خارج شدن حباب ها نشان دهنده آن است که فشار بخار مایع از فشار اتمسفر بیشتر است. وقتی حرارت را قطع می کنیم تعداد حباب ها کم می شود تا لحظه ای که دیگر هیچ حبابی خارج نمی شود و این به معنی آن است که فشار بخار مایع کاهش می یابد تا لحظه ای که با فشار اتمسفر برابر می شود بنابراین اگر ما این لحظه را ثبت کنیم همان دمای نقطه جوش خواهد بود.

bozorgmehr.sellfile.ir

گزارش کار آزمایش تیتراسیون استانیلید

Shimiomd.blog.ir

استانیلید

استانیلید یا فنیل استامید نرمال یا استانیلین نرمال یک ماده ورقه ای (پرکی شکل) سفید یا کرم رنگ می باشد. این ماده در انواع بی رنگ، کریستالی براق نیز موجود است. از این ماده به عنوان تب بر و ضد درد استفاده می گردد. همچنین استانیلید به عنوان یک ماده میانی در ساخت رنگینه ها نقش حیاتی ایفا می کند.

خصوصیات

۱)استانیلید یک پودر سفید رنگ یا کرم رنگ یا به صورت ورقه ای می باشد.

۲)وزن مولکولی آن برابر ۱۳۵/۱۶ می باشد.

۳)وزن مخصوص استانیلید ۱/۲۱ می باشد.

٤)نقطه ذوب آن ۱۱٤/۲ درجه سانتیگراد می باشد.

٥)نقطه جوش استانیلید ۳۰۳/۸ درجه سانتیگراد می باشد.

٦)در الکل، اتر و بنزن حلالیت دارد.

۷)حلالیت آن در آب ناچیز است.

۸) در دمای ٥٤٥ درجه سانتی گراد اشتعال پذیر است.

bozorgmehr.sellfile.ir

کاربرد و موارد مصرف

استانیلید به صورت گسترده به عنوان تب بر و ضد درد استفاده می شود.مصارف اصلی استانیلید به صورت زیر می باشد.

۱)داروئی

۲)مواد میانی و ساخت رنگهای نساجی

۳)به عنوان تسریع کننده در صنایع لاستیک سازی

٤)پایدار کننده پراسید

٥) به عنوان بازدارنده در هیدروژن پراکسید

٦) پایدار کننده استر،سلولوز، روغن جلا

انواع

۱)صنعتی

۲)فوق العاده خالص

بررسی جایگاه صنعتی

در حال حاضر بین ۸ تا ۱۰ سازنده استانیلید در کشور هندوستان وجود دارد که مجموع ظرفیت آنها بالغ بر ۲۸۵۰ تن می باشد. هر چند تولیدات آنها بالغ بر ۲۱۰۰۰ تن می باشد ولی میزان تقاضای آن حدود ۳۲۰۰ تن تخمین زده می شود.

روش تولید

سه روش عمده جهت تولید استانیلید وجود دارد.

۱)از آنیلین و اسید استیک

bozorgmehr.sellfile.ir

فرمول واکنش : (بازده ۹۰ درصد) $C_6H_5NH_2 + CH_3COOH C_6H_5NHCOCH_3 + H_2O$

آب استانیلید اسید استیک آنیلین

۲) از آنیلین و انیدرید استیک

فرمول واکنش:۲ $C_6H_5NH_2 + (CH_3CO)_2O \; 2C_6H_5NHCOCH_3 + H_2O$

آب استانیلید انیدرید استیک

۳) از انیدرید استیک و فنیل آمونیوم کلراید

bozorgmehr.sellfile.ir

سنتز استانیلید

Shimiomd.blog.ir

آثار استانیلید:

اگر چندین روز متوالی روزی یک گرم تا یک گرم و نیم استانیلید بکار برده شود، در چهره و انتهای دست و پا سیانوز تولید میشود. سبب سیانوز تبدیل هموگلوبین خون به متهموگلوبین است .در آزمایش خون رنگ سرم تغییری نیافته و تعداد و شکل گلبول های قرمز تفاوت بسیار نکرده است . از این آزمایش چنین نتیجه گرفته میشود که استانیلید هموگلوبین رادر داخل گلبول ها تبدیل به متهموگلوبین کرده و خود گلبول های قرمز را منهدم نمی کند و تا هنگامی که گلبولها منهدم نشوند متهموگلوبین بسهولت به حالت اکسی هموگلوبین درمی آید و بهمین جهت است که سیانوز ناشی از استعمال استانیلید بزودی بهبودی یافته و در صورتی که بیش از میزان تراپوتیکی (درمان شناسی) تجویز نشده باشد همیشه بدون هیچگونه خطری رفع شده ، اثری از خود باقی نمی گذارد. استانیلید بمقدار بسیار، علاوه بر سیانوز شدید قلب را فلج میکند. استانیلید حرارت را بسرعت پائین می آورد. در اثر ضدّ تب چهل سانتی گرم آن با یک گرم آنتی پیرین برابر است . معمولاً ده تا بیست سانتی گرم آن برای پائین آوردن تب کفایت میکند. استانیلید به میزان روزی یک گرم تا یک گرم و نیم مقدار بول را کم میکند.

موارد استعمال :

با وجودی که سیانوز حاصل ازبکار بردن استانیلید زودگذر و بدون خطر است ، این دارو بعنوان ضدّ تب مضرّی شناخته شده ، از ضدّ تب آن به ندرت استفاده میشود. اثر ضددرد این دارو در درمان حملات دردناک تابس ، نورالژی ، سیاتیک ، نورالژی بین ضلعی و نورالژی عصب سه شاخه مورد استفاده است . مقدار استعمال آن ۲۵ سانتی گرم در یک بار و ۷۵ سانتی گرم در بیست وچهار ساعت است .

bozorgmehr.sellfile.ir

حداکثر میزان استعمال آن در یک بار سی سانتی گرم و در ۲۴ ساعت ۱/۵ گرم است . (درمان شناسی تالیف محمدعلی غربی ، به اهتمام علی محمد سپهر ج ۱ ص ۱۸٤ و ۱۸۵.)

مشخصات و مکانیزم ساخت نیترواستانیلید

C6H5-NH(C=O)CH3 استانیلید می باشد که در آن گروه NHCOCH3 بر روی حلقه ی آروماتیکی وجود دارد. حال چنانچه بخواهیم یک گروه دیگر بر روی حلقه قرار دهیم، این گروه می تواند موقعیتهای ارتو، متا و پارا را اشغال نماید. یعنی گروه جدید همسایه ی گروه قبلی باشد (ارتو) و یا یک کربن از آن فاصله داشته باشد(متا) و یا دو کربن فاصله داشته باشد و در دورترین فاصله ی ممکن قرار گیرد (پارا).

استانیلید دارای نقطه ذوب ۱۱۳ تا ۱۱۵ درجه ی سانتیگراد و نقطه جوش ۳۰۴ درجه ی سانتیگراد می باشد.

ارتو و پارا نیترواستانیلید بوسیله ی واکنش استانیلید با مخلوطی از نیتریک اسید و سولفوریک اسید بدست می آید. زیرا گروه نخست یعنی NHCOCH3 گروه حجیمی است، فرم پارا که در آن دو گروه فوق و نیترو از هم فاصله ی بیشتری دارند، پایدارتر بوده و قسمت بیشتر محصول را به خود اختصاص می دهد. اما جدا کردن ایزومرهای پارا و ارتو از طریق تقطیر جز به جز ممکن است، زیرا ابن دو ترکیب در نقطه ی جوش متفاوت هستند.

واکنش استانیلید با نیتریک اسید غلیظ سبب تولید پارانیترواستانیلید می شود. برای بالا بردن بازده می توان از نسبت ۳ به ۱ از سولفوریک اسید و نیتریک اسید استفاده نمود. چون این واکنش گرمازا است، باید افزایش استانیلید به اسید نیتریک غلیظ بسیار آهسته و همراه با سردکردن محیط واکنش صورت گیرد.

bozorgmehr.sellfile.ir

گزارش کار تهیه صابون (آزمایش صابونی شدن)

Shimiomd.blog.ir

عنوان : گزارش کار تهیه صابون (آزمایش صابونی شدن)

تئوری :

می دانید ساختار یک مولکول صابون به صورت زیر است:

CH3-(CH2)n-COO- +X در صابونهای جامد X یون سدیم و در صابونهای مایع پتاسیم و آمونیوم می باشد.

در تهیه ی صابون ابتدا یون هیدروکسید باز به عنوان نوکلئوفیل (هسته دوست) به کربن گروه کربنیل حمله کرده، پس از خارج شدن یک مولکول الکل، انیون اسید به صورت هیبرید رزونانس فوق، پایدار میگردد.

الکل نقش حلال را دارد. مواد اولیه برای تولید صابون چربی (مولکول آلی و غیر قابل حل در آب) و باز (مانند سود که در آب انحلال پذیر است) می باشند. برای اینکه واکنش بین دو ماده ی اولیه ، یعنی چربی و باز، بهتر صورت گیرد باید از یک حلال استفاده کرد که هر دو ماده ی اولیه را در خود حل نماید. الکل بسیار مفید است زیرا الکل مانند C2H5OH دارای یک سر هیدروکربنی و یک سر قطبی است و می تواند هر دو ماده ی اولیه را در خود حل کرده و درنتیجه واکنش بین ان دو سریعتر و کاملتر انجام گیرد.

bozorgmehr.sellfile.ir

گزارش کار تبلور مجدد

Shimiomd.blog.ir

تبلور مجدد

تبلور مجدد یکی از بهترین روش های خالص سازی برای خالص کردن یک جامد است.در این روش اختلاف در حلالیت سبب جدا شدن اجسام از یک دیگر و یا سبب جدا شدن ناخالصی از یک جسم میشود.در تبلور مجدد مولکول ها به تدریج از محلول جدا شده و در ردیف های منظمی به یکدیگر متصل می گردند که به عنوان شبکه شناخته می شوند. در این روش ساختمان بلورین جسم جامد را با انحلال در حلال مناسب بطور کامل از بین می برند و سپس اجازه می دهند تا بلورهای جسم به صورت یک شبکه بلوری مجددا تشکیل شوند.نا خالصی ها معمولا در محلول باقی می مانند.

تبلور مجدد شامل چندین مرحله می باشد:

۱)انتخاب حلال مناسب

۲)انحلال جسم مورد تخلیص در نقطه جوش یا نزدیک آن

۳)صاف کردن محلول داغ برای جدا نمودن ناخالصی های نامحلول

٤)تبلور از محلولی که در حال سرد شدن است

٥)جدا کردن بلورها از محلولی که در آن شناور هستند

٦)شستشوی بلورها برای خارج کردن محلولی که به آنها آغشته است

۷)خشک کردن بلورها

حلال مورد نیاز برای تبلور مجدد باید دارای چندین خصوصیت باشد:

bozorgmehr.sellfile.ir

۱)مهمترین ویژگی حلال این است که جسم جامد مورد نظر را در دمای آزمایشگاه در خود حل نکند و در نقطه جوش در خود حل کند

۲)در دمای بالا ناخالصی را در خود حل نکند ا در دمای پایین در خود حل کند

۳)نقطه جوش خیلی پایینی نداشته باشد

٤)بهتر است نقطه جوش حلال کمتر از نقطه ذوب جسم باشد

۵)حلال با جسم مورد نظر واکنش شیمیایی ندهد

٦)حلال از درجه سمی بودن پایینی برخوردار بوده و از لحاظ اقتصادی مقرون به صرفه باشد.مثلا از آب،الکل و کلروفرم که همگی شرایط لازم برای تبلور را دارند استفاده کنند

اگر نیاز به انتخاب حلال مناسب برای تبلور مجدد داریم به روش زیر عمل می کنیم:

ابتدا چند لوله آزمایش را بر می داریم و مقداری (حدود چند بلور شکر) از جسم جامد را درون آن می ریزیم.سپس یک میلی لیتر از حلال هایی را که در اختیار داریم در هر کدام از لوله ها می ریزیم و آنها را شدیدا تکان می دهیم آنگاه می بینیم که آیا جسم در حلال حل شده است یا خیر؟ در مرحله بعد لوله ها را تا رسیدن به نقطه جوش حرارت می دهیم و باز نگاه می کنیم که آیا جسم در حلال حل شده است یا خیر؟ و نتایج را ثبت می کنیم.ما دنبال حلالی می گردیم که در دمای آزمایشگاه جسم را در خود حل نکند و در دمای جوش بتواند جسم را در خود حل کند.معمولا از آب به عنوان یک حلال مناسب استفاده می کنند.در صورتی که آب به عنوان حلال مناسب برای تبلور مجدد باشد می توان عمل انحلال را در یک بشر و در فضای باز انجام داد در غیر این صورت برای اجتناب از استنشاق گازهای سمی عمل انحلال باید در یک بالن و یا با استفاده از یک مبرد و به صورت رفلاکس انجام گیرد.

شرح آزمایش:

bozorgmehr.sellfile.ir

یک بشر برداشته و حدود یک گرم استانیلید ناخالص را درون آن می ریزیم و به آن حدود ۲۰ میلی لیتر آب اضافه میکنیم و حرارت ککیدهیم تا به جوش آید.در صورتی که جسم به صورت کامل حل نشد هر بار به آن ۱۰ میلی لیتر آب اضافه نموده ومجددا حرارت می دهیم تا به جوش آید.مدت زمان جوشیدن نبایستی طولانی شود چون حلال اضافه شده تبخیر می گردد.افزایش حلال را تا زمانی که تمام جسم در دمای جوش حل شود ادامه می دهیم البته پس از هر بار افزودن حلال اگر اجسامی که به نظر می آید ناخالص باشند (موادی پرز مانند) در دمای جوش حل نشدند حدود ۱۰ میلی لیتر حلال اضافه تر می ریزیم و آن را به صورت داغ روی یک کاغذ صافی معمولی صاف می کنیم در این مرحله نبایستی صاف کردن با استفاده از مکش انجام گیرد چون جریان هوا باعث سرد شدن حلال گردیده و کریستالها نا به هنگام تشکیل میگردند.افزایش حلال اضافه به منظور جلوگیری از تبلور نا به هنگام در این مرحله می باشد.بهتر است در این مرحله در حین صاف کردن بشر را مرتبا به طور ملایم حرارت دهیم . افزایش حلال خیلی بیش از مقدار مورد نیاز ممکن است که مانع تشکیل رسوب گردد.

محلول (صاف شده) را در کناری قرار داده تا به مرور زمان سرد شده و بلور های جسم تشکیل گردند.هنگام سرد شدن محلول نبایستی آن را به هم زد چون باعث می شود که بلورهای ریزی به دست آید .پس از تشکیل کامل بلورها این مجموعه را روی کاغذ صافی معمولی یا روی قیف بوخنر صاف کرده تا جسم بر روی کاغذ صافی باقی بماند.ناخالصی هایی که در دمای بالا نا محلول هستند را با صاف کردن محلول های داغ و ناخالصی هایی که در دمای پایین محلول هستند را از طریق صاف کردن محلول سرد جداسازی می نماییم.

پس از صاف کردن بلورها معمولا می توان مقدار دیگری بلور به دست آورد . برای این کار میتوان محلول زیر صافی را در حمام آب یخ قرار داد یا ابتدا کمی آن را حرارت داده تا مقداری از حلال آن

bozorgmehr.sellfile.ir

خارج شده و تغلیظ شود و سپس اجازه دهیم تا متبلور شود . بلورهایی که در این مرحله به دست می آید به اندازه مرحله اول خالص نیستند.

به منظور شستن بلورها می توان مقداری از حلال سرد (در اینجا آب) را روی کریستالهای جسم ریخته و اجازه داد تا حلال شستشو از بلورها خارج شود.

در صورت استفاده از خرطوم آبی می توان برای خشک کردن سریع تر بلورها چند دقیقه هوا را از درون بلورهای موجود در قیف عبور داد و سپس آنها را روی شیشه ساعت قرار داده و برای چند ساعت در هوا قرار داد. در صورت لزوم می توان از آون برای خشک کردن بلورها استفاده نمود و یا با گذاشتن این بلورها در دسیکاتور خلا سرعت خشک کردن آنها را تسریع نمود.

bozorgmehr.sellfile.ir

گزارش کار تهیه نیتروبنزن

Shimiomd.blog.ir

مواد لازم : بنزن ، نیتریک اسید غلیظ (۷۰ درصد) ، سولفوریک اسید غلیظ (۹۸ درصد)

احتیاط : با دستکش و زیر هود با سولفوریک اسید و نیتریک اسید کار کنید . در صورت ریختن اسید ، سدیم بی کربنات یا سدیم کربنات جامد روی آن بپاشید.

خطر : نیتریک اسید ، یک اکسنده قوی است . از تنفس بخارات آن و تماس با پوست بدن و چشم اجتناب کنید سولفوریک اسید یک ماده شدیداً جاذب الرطوبه است و سبب سوختگیهای جدی می شود.

روش کار :

در یک بالن ته گرد (۲۵۰ میلی لیتری) ، ۱۵/۵ میلی لیتر نیتریک اسید غلیظ بریزید و به آن ، در حال همزدن و به آرامی ، ۱۲/۵ میلی لیتر سولفوریک اسید غلیظ بیفزایید . مخلوط را در حمام آب و یخ قرار دهید و وقتی دمای مخلوط به ۵۰ درجه سانتیگراد رسید ، ۸/۵ میلی لیتر بنزن را کم کم (هر بار حدود ۲ میلی لیتر) به مخلوط اضافه کنید و به طور مداوم مخلوط را به هم بزنید . در طول افزودن بنزن ، دمای واکنش نباید از ۵۵ درجه بیشتر شود . سپس با قرار دادن یک مبرد ، مخلوط را در حمام آبی که دمای آن حدود ۶۰ درجه است ، رفلاکس (بازروانی) کنید و گاهی مخلوط را تکان دهید . پس از ٤۵ دقیقه واکنش انجام شده است . آنگاه محتویات بالن را در ۸۰ میلی لیتر آب بریزید و به خوبی هم بزنید . بدین ترتیب اسید تا حد امکان از لایه نیترو بنزن جدا می شود و در لایه آبی قرار می گیرد . لایه آبی را جدا کنید . نیترو بنزن را در قیف جدا کننده بریزید و آن را سه بار ، هر بار

bozorgmehr.sellfile.ir

با ۱۰ میلی لیتر آب ، بشویید . پس از آن ، ٤ بار ، هر بار با ۱۰ میلی لیتر محلول رقیق سدیم کربنات ۷ درصد شستشو دهید . (در هر بار استخراج ، خروج گاز از قیف جدا کننده را مد نظر داشته باشید .) در آخرین استخراج نباید ، گاز CO_2 تولید شود . نیترو بنزن فاقد اسید را بوسیله کلسیم کلرید ، خشک کنید (حدود ۲۰ دقیقه) . سپس آن را در یک بالن صاف کنید و با سوار کردن دستگاه تقطیر خشک ، تقطیر کنید . دمای جوش نیترو بنزن حدود ۲۰۵ الی ۲۱۰ درجه سانتیگراد است . نیترو بنزن تقطیر شده را در یک لوله آزمایش که وزن آن را قبلاً به دست آورده اید جمع آوری کنید . توجه داشته باشید که نیترو بنزن بسیار سمی است.

bozorgmehr.sellfile.ir

گزارش کار سنتز بنزوئیک اسید از تولوئن

Shimiomd.blog.ir

تئوری:

شناسنامه

نام گذاری آیوپاک

Benzoic acid

جرم مولی

۱۲۲,۱۲ گرم بر مول

نما(ظاهر)

جامد سفید

دمای ذوب

۱۲۲,۴ درجه سانتی گراد

دمای جوش

۲۴۹,۲ درجه سانتی گراد

چگالی

۱,۲۶۵۹ گرم بر میلی لیتر (در ۱۵ درجه سلسیوس)

فشار بخار

bozorgmehr.sellfile.ir

Not available

pH

۳٫۰ محلول یک درصد

حلالیت در آب

کم محلول در آب سرد

چگالی نسبی بخار

۴٫۲۱ (نسبت به هوا)

بنزوئیک اسید، (C7H6O2 (C6H5COOH، یک ترکیب بلوری بی رنگ (سفید دیده می‌شود) است. بنزوئیک اسید ساده‌ترین کربوکسیلیک اسید آروماتیک نیز می‌باشد. این ماده یک اسید ضعیف محسوب می‌شود. از نمک‌های آن به عنوان نگهدارنده‌های غذایی استفاده می‌شود، همچنین در ساخت بسیاری از ترکیبات آلی دیگر از بنزوئیک اسید استفاده می‌شود.

تاریخچه

بنزوئیک اسید در قرن شانزدهم میلادی کشف شد. اولین بار شخصی به نام Nostradamus از تقطیر خشک ماده‌ای سنتی به نام gum benzoin بدست آورد. در سال ۱۸۷۵ شخصی به نام Salkowski نیز پی به خواص ضد قارچ بنزوئیک اسید برد.

روشهای تهیه

روش تجاری

یکی از روشهای تجاری ساخت بنزوئیک اسید، اکسایش جزئی تولوئن با گاز [[اکسیژن]] در مجاورت کاتالیزور کبالت یا منگنز نفتنات است که با بازده بالا و رعایت اصول محیط زیستی (شیمی سبز) انجام می‌شود که تصویر واکنش مربوطه را در زیر می‌بینید

bozorgmehr.sellfile.ir

روش آزمایشگاهی

بنزوئیک اسید ماده‌ی ارزان قیمت و در دسترسی است، در نتیجه در صورت نیاز به آن لازم نیست زحمت سنتز آن را متقبل شویم و فقط کافی است نمونه‌ی تجاری آن را خریداری کرده و متناسب با کارمان آن را خالص سازی کنیم. که برای اینکار استفاده از روش تبلور مجدد با دو حلال با حلال‌های اتانول و آب بسیار مناسب می‌باشد. ولی در هر صورت می‌توان آن را به روش‌های

زیر نیز سنتز کرد:

با هیدرولیز

از هیدرولیز بنزونیتریل، بنزآمید در محیط‌های اسیدی و یا بازی شدید می‌توان بنزوئیک اسید یا آنیون آن را بدست آورد

از بنزالدهید

همچنین می‌توان با استفاده از واکنش کانیزارو ی تقاطعی بنزوئیک اسید را از بنزالدهید ساخت که واکنش مربوط به آن را در زیر می‌بینید:

از بنزیل الکلهمچنین می‌توان از اکسایش بنزیل الکل در حضور محلول پتاسیم پرمنگنات داغ نیز استفاده کرد. در این روش بلافاصله بعد از واکنش باید محلول در حالت داغ فیلتر شود تا منگنز دی اکسید تشکیل شده جدا شود و سپس محلول به حال خود رها می‌شود تا بلورهای بنزوئیک اسید تشکیل شود.

مصارف

به عنوان خوراک واحدهای صنعتی

bozorgmehr.sellfile.ir

برای تهیهٔ بنزیل کلرید

بنزیل کلرید (C6H5COCl) از واکنش تیونیل کلرید (یا پنتاکلرید فسفر یا تری کلرید فسفر یا فسژن) با بنزوئیک اسید به دست می‌آید. با استفاده از بنزیل کلرید می‌توان بسیاری از مشتقات بنزوئیک اسید را ساخت از جمله بنزیل بنزوآت که یک طعم دهندهٔ مصنوعی می‌باشد.

برای تهیهٔ فنول

فنول (C6H5OH) از کربوکسیل زدایی همراه با اکسایش در دمای oC۳۰۰ الی oC۴۰۰ بدست می‌آید. البته این فرایند می‌تواند در حضور کاتالیزور نمک کبالتII در oC۲۰۰ هم انجام پذیرد. فنول (Phenol) نیز استفاده‌های بسیاری دارد، که مهمترین آنها تبدیل فنول به سیکلوهگزانول می‌باشد که سرآغازی برای تولید نایلون است.

وبرای ساخت بسیاری مواد دیگر

نگهدارندهٔ غذا

بنزوئیک اسید و نمک‌هایش به عنوان نگهدارندهٔ غذا مصرف دارند که به نام‌های E۲۱۲، E۲۱۱، E۲۱۰ و E۲۱۳ شناخته می‌شوند. هر کدام از این نمک‌ها از واکنش مستقیم یا واکنش با نمک‌های سدیم، پتاسیم یا کلسیم تهیه می‌شوند. در اصل بنزوئیک اسید از رشد قارچها، مخمرها و بعضی باکتریها جلوگیری می کند. نحوهٔ اثر بنزوئیک اسید اینگونه‌است که در ابتدا بنزوئیک اسید جذب سلول می‌شود، اگر pH درون سلولی به ۵ یا کمتر تغییر کند، تخمیر ناهوازی گلوکز از طریق Phosphofructokinase به میزان ۹۵٪ کاهش می‌یابد و این خود باعث نابودی آنها می‌شود. مقدار معمول استفاده از بنزوئیک اسید و نمک‌هایش به عنوان نگه دارنده بین ۰٫۰۵٪–۰٫۱٪ می‌باشد. البته در بعضی غذاها باید از سطوح بالاتری از بنزوئیک اسید استفاده شود که مقادیر ماکسیمم آن در قوانین بین المللی غذا موجود است. البته نگرانی‌هایی وجود دارد مبنی بر اینکه بنزوئیک اسید با آسکوربیک اسید (ویتامین C) موجود در نوشابه‌ها واکنش داده و مقادیر بسیار کم (ولی در دراز مدت خطرناک) بنزن تولید می‌شود.

bozorgmehr.sellfile.ir

دارو

اسید بنزوئیک جزئی از پماد Whitfield است که برای درمان بیماری‌های قارچی پوست و مو استفاده می‌شود.

خطرات بنزوئیک اسید

بنزوئیک اسید یک محرک پوست و چشم است. پس باید از تماس آن با پوست و چشم احتراز شود

شرح آزمایش

یک بالن ته گرد فاقد شاخه ی جانبی را برداشته g ۳ پرمنگنات پتاسیم cc۵۰. آب مقطر . ml۲ سود غلیظ و cc٤ تولوئن را در آن ریخته چند گرم سنگ جوش به آن اضافه کرده به مدت ٦٠ دقیقه تقطیر برگشتی را انجام داده سپس محتوی را در یک بشر ریخته و با اسید سولفوریک اسیدی کرده و سپس به آن سولفیت سدیم جامد اضافه کرده تا رنگ محلول زایل گردد.روی بن ماری قرار داده تا حجم نصف شود سپس بشر را به کناری گذاشته تا سرد شود و اسیدبنزوئیک متبلور شود.سپس بوسیله ی قیف بوخنر و پمپ خلا صاف کرده و با آب مقطر کم حل کرده و مجددا کریستاله نموده آنگاه پس از خشک شدن مقدار آن را به دست آورید.

bozorgmehr.sellfile.ir

گزارش کار سنتز دی بنزال استون (تراکم آلدولی)

Shimiomd.blog.ir

واکنش بعدی در تراکم آلدولی که بطور خود بخودی اتفاق می افتد حذف گروه هیدروکسی از موقعیت بتا (حذف آب) و ایجاد ترکیب کربونیل غیر اشباعی آلفا و بتا میباشد.

اگر مخلوط آلدئیدها و یا کتونهای متفاوت و یا هر دوی آنها در محیط حضور داشته باشند، منجر به تولید محصولات تراکمی متنوع میشود. در مورد کتونهای دارای دو گروه متیلن یا در حالت خاص دو گروه متیل مثل استون اگر نسبت مولی بنزآلدئید به استون به صورت ۲ به ۱ باشد دی بنزال استون به جای بنزال استون تشکیل میشود.

روش کار

در یک ارلن ۱۵۰ سی سی ۲۰ سی سی محلول سود ۱۰٪ و ۲۰ سی سی اتانول ۹۵٪ بریزید . محلول را کاملا سرد کرده (برای جلوگیری از واکنشهای جانبی و کانیزارو) و ۳ سی سی استون (٤ صدم مول) و بلافاصله ۸ سی سی بنزآلدئید اضافه کنید. رسوب زرد بلافاصله تشکیل میشود. به مدت ۱۵ دقیقه مخلوط واکنش را به هم بزنید و سپس توسط قیف بوخنر صاف کنید روی صافی را با کمی آب سرد و سپس کمی اتانل ۹۵٪ بشوئید. رسوب را با اتانل ۹۵٪ و یا اتیل استات تبلور مجدد کنید و بگذارید خشک شود.

نقطه ذوب و بازده را حساب کنید.

bozorgmehr.sellfile.ir

بزرگمهر

گزارش کار سنتز نیتروبنزن

Shimiomd.blog.ir

هدف: تهیه و سنتز نیترو بنزن از بنزن (واکنش جانشینی نوکلئوفیلی)

تئوری:

فرآیند تولید منو نیترو بنزن:

فرآیند تولید نیترو بنزن متشکل از مراحل ذیل می باشد:

ویژگی های فرآیند،نکات فنی و شرایط عملیاتی:

۱- واحد نیتراسیون طرح حاضر بصورت فرآیند غیر مداوم و در مقیاس صنایع کوچک در نظر گرفته شده است . بنابراین نسبت هزینه نیروی انسانی به مواد اولیه، کسر کوچکی را تشکیل می دهد.عمده ترین کاربرد نیترو بنزن در تولید آنیلین می باشد و بخش اعظم نیترو بنزن تولید شده در ساخت صنایع رنگ و تهیه رنگ های نساجی (آزو) بکار میرود.ضمن اینکه می توان به کاربرد های آن بعنوان حلال و نیز در نقش ماده اولیه شیمیایی لاستیک، فتو گرافی و دارویی اشاره نمود . همچنین نیترو بنزن در صنایع نظامی برای تری نیترو تولوئن TNT استفاده می شود.

۲- تهیه اسید مخلوط: مقادیر صحیح وزنی از اسید سولفوریک ۹۸ درصد و اسید نیتریک ۹۸ درصد در حالیکه دما کنترل می شود به آرامی به یکدیگر افزوده می شوند.

۳- واکنش بنزن و اسید مخلوط:با در نظر گرفتن منحنی روفیل دمای نیتراسیون ، مقادیر مورد نیاز از بنزن و اسید مخلوط وارد راکتور می شوند . که بعد از انجام واکنش ، اسید بجا مانده به دستگاه استخراج و نیترو بنزن حاصله MNB به مخزن جمع آوری محصول خام هدایت می شوند. مقدار مورد نیاز دیگر از بنزن به اسید به جا مانده در دستگاه استخراج ، اضافه می شود . و در دمای

bozorgmehr.sellfile.ir

پایین هم زده می شود .متعاقب عمل استخراج ، اسید تصفیه شده به مخزن اولیه نگهداری اسید مخلوط بنزن و نیترو بنزن بدست آمده نیز جهت استفاده در راکتور واکنش هدایت می شوند.

لازم به ذکر است که بین بنزن و مخلوط اسیدی (٥٦تا٦٥ درصد وزنی اسید سولفوریک ، ٢٠ تا ٢٦ درصد وزنی اسید نیتریک و ١٥ تا ١٨ درصد آب) وارد راکتور نیتراسیون که از نوع لوله ای با جریان در هم می باشد می گردد. دمای راکتور حدود ٦٠ تا ٧٥ درجه سلسیوس و فشار حدود ١ اتمسفر و زمان فعل و انفعال حدود ١٥ دقیقه کنترل می شود . مخلوط خروجی از راکتور شامل نیترو بنزن ، مواد اولیه ترکیب نشده و مقداری ناخالصی به یک ظرف جدا کننده فرستاده می شود . فاز آبی پس از تغلیظ به راکتور بازگشت داده می شود و فاز آلی به برج شستشو با آب می رود . مخلوط خروجی از بالای این برج به برج تقطیر جهت جداسازی نیترو بنزن و آب فرستاده می شود .از پایین این برج نیترو بنزن با خلوص ٩٩/٣ درصد تولید و به بازار عرضه می شود .

٤- شستشو منو نیترو بنزن خام ، سه بار با آب ، دو بار با آب قلیایی و سه بار یا بیشتر با آب شستشو داده می شود.

٥- تقطیر: آب در خشک کن از منو نیترو بنزن خام جدا می شود و محصول نهایی در تانک ذخیره انباشته می شود.

مواد لازم: بنزن/ اسید نیتریک/ اسید سولفوریک/ آب و یخ

وسایل لازم: ارلن تخلیه/ لوله رابط/ قیف دکانتور/در پوش/بشر/ تشت /پی ست/ حمام بن ماری/ استوانه مدرج

روش آزمایش:

bozorgmehr.sellfile.ir

ابتدا مانند شکل دستگاه را سوار می کنیم . سپس درون ارلن تخلیه ۱۰ میلی لیتر اسید سولفوریک ریخته و به تدریج اسید نیتریک را به آن می افزایم و ارلن را درون تشت آب و یخ قرار می دهیم تا گرمای تولید شده از بین برود.و یک لوله رابط نیز از لوله ی خروجی ارلن درون آب مقطر قرار می دهیم تا گازهای تولید شده در آب حل شوند.

نکته: بنزن یک ماده سمی می باشد و در هنگام آزمایش باید از دستکش و ماسک استفاده کرد. و آزمایش باید زیر هود انجام گیرد.

سپس درون قیف دکانتور ۱۰ میلی لیتر بنزن می ریزیم و با یک درپوش سوراخدار به ارلن تخلیه متصل می کنیم. سپس درون تشت به آرامی بنزن را بر روی مخلوط اسیدی می ریزیم و همزمان با تکان دادن ارلن در آب ویخ دمای محیط را کاهش می دهیم . پس از تمام شدن بنزن ارلن را از آب و یخ خارج کرده و درون حمام بن ماری قرار می دهیم در دمای ۶۰-۷۵ درجه سانتیگراد و همچنان هم می زنیم.

پس از گذشت نیم ساعت و کامل شدن واکنش محتویات ارلن را به درون قیف دکانتور منتقل کرده و درون حلقه قرار می دهیم. تا دو فاز آبی و آلی تشکیل گردد.

حال با اضافه کردن ۵۰ میلی لیتر آب مقطر و تکان دادن شدید قیف فاز آلی را شستشو می هیم تا اسید های اضافی در آب حل گشته و از نیترو بنزن جدا گردند.

حال دو فاز را توسط قیف دکانتور جدا می نماییم.

حجم نیترو بنزن بدست آمده را با استوانه مدرج اندازه می گیریم و راندمان را محاسبه می کنیم.

واکنش:

محاسبات آزمایش:

حجم بنزن اولیه=ml

حجم نیترو بنزن بدست آمده=ml

bozorgmehr.sellfile.ir

گزارش کار کروماتوگرافی کاغذی

Shimiomd.blog.ir

تئوری :

کروماتوگرافی اصطلاحی است که به چندین تکنیک جداسازی اطلاق می گردد که اساس این روش ها مهاجرت افتراقی یا اصطلاحا(Defferential Migration) است .دراین تجربه یکی ازاین روشهایعنی کروماتوگرافی کاغذی به منظور جداسازی مخلوطی از یون های فلزات واسطه به کار می رود به طوری که شناسایی آن ها ممکن شود .خواهید دید که شناسایی هر یون پس از این که این یون هااز هم جدا شدند خیلی راحت تر خواهد بود .

درهر روش مهاجرت افتراقی سه چیز مورد نیاز است.

۱) بایستی یک محیط مهاجرت وجود داشته باشد که محلی است برای این که جدا سازی اتفاق بیافتد.

۲) بایستی یک نیروی جلو برنده (Driving Force)برای حرکت دادن گونه ها جهت جدا شدن در طول محیط مهاجرت وجود داشته باشد.

۳) بایستی یک نیروی مقاوم انتخابی (Selection Resistive Force)وجود داشته باشد.

تعریف نیروی متحرک (Driving Force): عبارتست از تمایل حل شدن گونه در فاز متحرک که باعث پیشروی سریع تر نمونه می شود.

تعریف نیروی مقاوم انتخابی(Selection Resistive Force): عبارتست از تمایل حل شدن گونه در فازثابت که باعث عقب ماندن آن از مهاجرت می شود.

همین نیروی اخیر یعنی نیروی مقاوم انتخابی است که باعث جدا سازی قابل ملاحظه گونه های شیمیایی می شود.

bozorgmehr.sellfile.ir

اگر مخلوط از گونه های شیمیایی روی یک محیط مهاجرت در نقطه ای قرارداده شوند ،نیروی جلوبرنده تمایل دارد که مخلوط را به مکانی دور تر از نقطه شروع حرکت دهد .از طرفی نیروی مقاوم انتخابی تمایل به عقب نگه داشتن گونه ها دارد .نیروی مقاوم مذکور از این نظر انتخابی است که حرکت هریک از گونه هارا با میزانی متفاوت کند می کند.

این اختلاف در سرعت حرکت در جهت دور شدن از مبداء،اساس اصطلاح (Defferential Migration) است.

دراین آزمایش روش مهاجرت افتراقی ،کروماتوگرافی کاغذی است . محیط مهاجرت نواری از کاغذ کروماتوگارفی است. نیروی جلوبرنده ،جریانی از مایع به عنوان حلال در طول نوار کاغذ است که این حلال مایع ،فاز متحرک یا (Mobile Phase)هم گفته می شود .درمورد نیروی مقاوم انتخابی این احتمال می رود که بیش از یک نوع نیروی مقاوم انتخابی درکاغذ کروماتوگرافی وجود داشته باشد. شاید یکی از نیروهای مقاوم انتخابی عمده وقتی شناخته شد که دریافتند کاغذ دارای مقدار زیادی آب است که محکم به آن چسبیده واین وضع ممکن است به صروت استخرهایی از آب تصور شود .وقتی گونهه های شیمیایی درحال حرکت در طول مسیر فاز متحرک هستند با مکان هایی پر از آب پیوند یافته به کاغذ مواجه می شوند .حتی ممکن است این گونه ها به داخل این فاز ثابت یا ساکن (Stationary Phase)حرکت کنند نظربه این که کسری از زمان که هر گونه جدا گانه ،درفاز ساکن سپری می کند بستگی به حلالیت نسبی آن گونه درهر دو فاز ساکن ومتحرک دارد واین حلالیت ها بستگی به ماهیت گونه شیمیایی دارد واین مسئله یک عمل مقاوم انتخابی را توصیف می کند .وقتی یک گونه درفاز متحرک است ،با سرعتی معادل سرعت فاز متحرک حرکت می کند .وقتی گونه درفاز ساکن است این چنین حرکتی ندارد .بنابراین گونه های شیمیایی مختلف در یک نمونه معین به علت این که باسرعت های متفاوتی درجهت ددور شدن از مبدا حرکت می کنند جدا می شوند.

bozorgmehr.sellfile.ir

واضح است که برای یک زوج معین از فازهای ساکن ومتحرک ،کسری ازفاصله که گونه شیمیایی طی می کند یسبت به فاصله ای که فاز متحرک طی می کند ثابت خواهد بود. این کسر که مقدار Rf گونه مورد نظر نامیده می شود ،ممکن است به منظور مقایسه دو کورماتوگرام مورد استفاده قرار گیرد هرچند که ممکن است فازمتحرک دردو کروماتوگرام به اندازه های متفاوتی پیشروی کرده باشد.

هرچند که کروماتوگرافی با کاغذ ،وسیله توانایی برای جدا سازی گونه های شیمیایی است اغلب گونه ها ری کروماتوگرام قابل رویت نیستند .به این دلیل اغلب لازم است کروماتوگرام را با واکنشگرهایی که با گونه هایی شیمیایی مورد نظر واکنش داده وترکیبات رنگین تولید می کنند اثر دهیم .

تاریخچه

برای اولین بار در سال ۱۹۰۵ میلادی چوگایف دانشمند روسی واکنش دی‌متیل گلی‌اکسیم با یون نیکل را کشف کرد

و از آن برای شناسایی و اندازه‌گیری یون نیکل استفاده نمود. ولی توسعه واقعی و سریع واکنشگرهای آلی و استفاده از آنها در شیمی تجزیه از سال ۱۹۴۵ میلادی شروع شد. علت آن نیز گسترش صنایع نوین و اهمیت تجزیه مقادیر جزئی در این صنایع بود.

طبقه‌بندی واکنشگرهای رسوب دهنده

واکنشگرهای رسوب دهنده معدنی

مواد معدنی که محلول آنها برای رسوب دادن یونهای فلزی بکار می‌روند عبارتند از اسیدهای معدنی ضعیف یا قوی نظیر H_2S,H_3PO_4,H_2SO_4,HCl یا نمکهای محلول آنها. اسید سولفوریک و

bozorgmehr.sellfile.ir

سولفات هیدروژن یونها را به صورت سولفید رسوب می‌دهند، اسید سولفوریک برای رسوب دادن یون باریم و اسید هیدروکلریک برای رسوب دادن یون نقره استفاده می‌شود.

هیدروکسیدهای محلول نظیر سدیم و پتاسیم و آمونیاک برای رسوب دادن یونهای فلزی به صورت هیدروکسید بکار می‌روند. همچنین از یونهای فلزی هم می‌توان به عنوان عامل رسوب دهنده آنیونهایی که با آنها رسوب کم محلول می‌دهند استفاده کرد.

Shimiomd.blog.ir

saeedzeydani@mail.com